

PURIFICATION OF WET PROCESS PHOSPHORIC ACID

Patent Number: ☒ GB1601474

Publication date: 1981-10-28

Inventor(s):

Applicant(s):: ALBRIGHT & WILSON

Requested

Patent: ☒ JP53128595

Application

Number: GB19770015135 19770412

Priority Number

(s): GB19770015135 19770412

IPC

Classification: C01B25/22 ; B01D1/26 ; B01D5/00

EC

Classification: C01B25/24, C01B25/26B, C01B25/28, C01B25/40B

Equivalents:

AU3496778, AU518507, ☒ BE865908, CA1103887, ☒ DE2815880, ☒ ES468736, ☒ FR2387188,
IL54496, IN149004, ☒ IT1156955, ☒ NL7803876, SE7804144, ZA7802113

Abstract

Data supplied from the esp@cenet database - I2

⑩日本国特許庁

⑪特許出願公開

公開特許公報

昭53—128595

⑫Int. Cl.⁷
C 01 B 25/18

識別記号
1 0 1

⑬日本分類
15 B 53

庁内整理番号
7451—41

⑭公開 昭和53年(1978)11月9日
発明の数 1
審査請求 未請求

(全 9 頁)

⑮湿式法燐酸の精製方法

⑯特 願 昭53—42223

⑰出 願 昭53(1978)4月12日

優先権主張 ⑱1977年4月12日⑲イギリス国
(GB)⑳15135/77

㉑発 明 者 エドワード・ジェイムズ・ロウ
エ

イギリス国ウエスト・ミッドラ
ンズ・ストールブリッジ・ロッ
クス・ハウス4

同 アーサー・ウィルソン

イギリス国ウエスト・ミッドラ
ンズ・ストールブリッジ・ウオ

ーレスコテ・ブラケンダル・ウ
エイ21

㉒発 明 者 ミツシエル・ウィリアム・ミン
シエル

イギリス国ウエスト・ミッドラ
ンズ・ウオンボーネ・キルクス
トーン・クレス50

㉓出 願 人 アルブライト・エンド・ウイル
ソン・リミテッド

イギリス国ウエスト・ミッドラ
ンズ・ウオーリー・オールドベ
リー(番地なし)

㉔代 理 人 弁理士 曾我道昭

明細書の請求内容(変更なし)
明 細 書

1 発明の名称

湿式法燐酸の精製方法

2 特許請求の範囲

湿式法燐酸を、 100°C 以上の温度で P_2O_5 74重量%濃度以上に濃縮することによつて有機性および無機性不純物を分離可能な固体硫酸として硫酸させ、硫酸を硫酸から分離することを特徴とする。湿式法燐酸を加熱し、硫酸から水を蒸発させることによつて湿式法燐酸を濃縮し精製する方法。

3 発明の詳細な説明

この発明は湿式法燐酸の精製方法に関する。

湿式法燐酸は水性の酸と燐酸カルシウム酸との反応によつて造られる。工業的な処理で使用される酸は硫酸であり、これは約30重量% P_2O_5 濃度の 硫酸と共に硫酸カルシウムの硫酸を伴する。硫酸カルシウムを円過膜も生成物の硫酸は硫酸塩、希化物、有機物質、鉄、アルミニウムおよびマグネシウムを含む固々の塩類

性不純物および硫酸化合物不純物で著しく汚染されている。この非常に高度の汚染のために湿式法燐酸は硫酸の主要な工業的用途の多くのものに対して不適当である。このような用途は、燐灰石を電気炉中で元素状燐に還元し、これを P_2O_5 に酸化し、水に溶解して所望の濃度の比較的純粋な硫酸となすはるかに高価な電気還元法によつて造られる高純度の熱分解法燐酸を必要とする。

従つてより汎用の生成物をうるために湿式法燐酸を濃縮および/または精製するための多くの試みがなされてきた。実際上最も普通に使用されている方法は硫酸を減圧下で加熱して水を除去する方法である。硫酸の物理的および化学的制約のため、この方法によつて大きな問題もなく得られる最高濃度は約40重量% P_2O_5 の濃度である。これが湿式法燐酸の普通の工業用濃度である。この工業用燐酸は、その上、元の希硫酸からのほとんど全部の非燐に揮発性の元からある不純物を元の希硫酸中よりも濃縮な

濃度で含有する。

湿式法煉銅をより高濃度に濃縮するための提案としては電交換法面を利用す。間接法や水後熱法 (Aqueous C. method) により直接加熱する方法といつた種々の方法が含まれる。このような方法は約 5% ~ 7% P_2O_5 より低い濃度を造ることには成功していない。これは塩基性不純物のメタ硫酸塩が生成し、これが電交換法面上にスケールとして析出し、また残留酸保持液を工業的に取扱うのに粘稠しすぎるとするからである。その上、濃度の上昇と共にますます褐色してくるのである。これらの問題は濃度を 70% P_2O_5 以上の濃度に加熱すると徐々に一層濃縮になるのである。

さらに、加熱から水を蒸発させると、若干の P_2O_5 が水と共に蒸出し、尿から失われる。このことは潜在的な汚染の危険があることを示し、高価な洗淨動作を必要とし、しかもこの操作では洗淨液は弗素化合物のような揮発性不純物によつて通常著しく汚染されているから経済的な

達成された濃度としてどの実施例に記載された最高の濃度も 72.5% であり、かつ明細書中に記載された。また全実施例で使用されている装置は著しく高濃度を得ることが出来るものではないから、濃度の値を出ないと考えることができる。これは、容積を組成する値は約 7% P_2O_5 またはそれ以上の濃度をもつ硫酸を大気圧下で蒸発させる高濃度および腐食性条件に耐えることはできないことが既知だからである。熱分解によつて造つた硫酸に P_2O_5 を添加することによつて造つた硫酸とは異つて、湿式硫酸から造つたこのような高濃度のポリ硫酸に対して用途は知られていないし、明細書にも提示されていない。湿式法硫酸のこのような濃縮された誘導体は工業的に有用なものであることは期待されない。これは湿式法硫酸を濃縮すると酸が「フー」状稠度になるまで低揮発性不純物に蓄積し、ならびに有機物質および硫酸塩もまた濃縮され、これは硫酸がいやしくも工業的に価値あるものであることを妨げる。

456553-128595(2)

P_2O_5 回収を行うことができない。この因子は濃度を 70% P_2O_5 以上の濃度に加熱することが困難である原因ともなる。

約 70% 以上に濃縮すると必ず湿式法硫酸が非常に粘稠で取扱いが困難になり、かつ不純であることおよび「フー」が発生するといつた欠点は約 75% P_2O_5 より濃厚な誘導体をうるための研究を誘導し、湿式法硫酸から出発したのでは少なくとも工業的に有用な製品としてより濃厚な誘導体をうることは実用的ではないと業界において一般に考えられるようになった。

カナダ特許第 265710 号は湿式法硫酸から水を蒸発させるのに充分な濃度に加熱することができる交換電流を硫酸に流すこととなる直接電気抵抗加熱により湿式法硫酸を濃縮する方法が記載されている。上述のカナダ特許は例えば 5% またはそれ以上ものポリ硫酸に対応する濃度に 60% P_2O_5 以上の濃度の湿式法硫酸を濃縮することができることを述べている。しかしこの特許の開示は、明細書において

きて、酸は 50% P_2O_5 濃度の沸点以上の濃度で作業できる改善された装置を使用して直接電気抵抗加熱により湿式法硫酸を濃縮することを試みた。このようにして、酸は予期したように、65% ~ 70% の範囲の濃度で粘度が急激に上昇し、メタリン酸塩生成の軟便、酸の着色および「フー」中への P_2O_5 の損失量が増大する軟便があつた。それにも拘らず、酸は約 80 重量% P_2O_5 以上の濃度に加熱した。ところが意外にも約 76% P_2O_5 (すなわち大気圧で約 220°C) 以上の濃度で多くの予期されないう変化が観察されることを知見した。すなわち濃度が増大すると共に暗緑色から暗褐色へ褐色が増大する傾向が約 80% P_2O_5 で酸が黄緑色酸に戻り、約 82% P_2O_5 (すなわち大気圧で約 200°C) で塩基性不純物がメタ硫酸塩の予選可能なスラッジとして沈降し始め、このメタ硫酸塩を除去すれば流動性の液を生じ、また通常非揮発性再溶 として考えられている硫酸塩は 76% P_2O_5 以上の濃度の酸から揮発し始めて

約 80% P_2O_5 、すなわち大気圧で約 $800^{\circ}C$ で實質上無酸塩が除去された状態が得られること、また有機不純物は 94% P_2O_5 以上で炭化して炭素の通過可能な粒子となり（これは多分不純物の吸着による無酸塩の顆粒に容与する）、また炭素は炭素により還元されて低原子価状態となり、この状態では例えば添加した塩素との反応によつて炭から一層容易に除去されたとを意外にも見出したのである。

上述の炭化を総合した結果として、白炭素が一般に信じていることとは異つて、實質上純度が上昇した $80\% \sim 94\%$ P_2O_5 範囲の純度の取扱いの容易な有用な湿式法より無酸塩が湿式法無酸塩から得ることができることを見出した。

例えば、生成物の無酸塩は中間の希釈度、例えば $30\% \sim 75\%$ P_2O_5 範囲の濃度に容易に希釈でき、この濃度範囲では無酸塩は容易に通過できて、同等の最終濃度に先行技術が要求しているように湿式法無酸塩を直接濃縮することによつて得たものに比して著しく改善された品質の

最終生成物の無酸塩が得られることを見出した。

但、この発明によるより、無生成物を適当な濃度に希釈することによつて生成した無酸塩は結晶して高濃に純粋なサルトまたは適合無酸塩を生ずることができることを見出した。これは従来付加的な精製工程なしには湿式法無酸塩を蒸留して得た無酸塩では不可能であつた。この無酸塩はまた希釈と同時にまた希釈後に、および通過前または通過後に例えばアルカリ金属塩基またはアンモニウム塩基で中和してサルト、ピロまたはポリ無酸塩となすこともできる。通常の無酸塩湿式法無酸塩とは異つて、この発明による方法から得た生成物は後で硫酸を生ずる傾向をほとんど、または全く示さない。

従つて、この発明は湿式法無酸塩を少くとも 75% 重量 P_2O_5 の濃度まで水を蒸発させかつ固体の不純物の通過可能なスラッジが析出するのに充分なまで加熱し、希釈した母液を固体不純物から分離することからなる、湿式法無酸塩の無酸塩母液の製造を提供するものである。無酸

の加熱は交流電流を無酸塩中に通すことによつて行ふのが好適である。濃縮した酸を 75% 重量 P_2O_5 未満に希釈し、希釈した無酸塩から通過により固体不純物を除くのが好適である。希釈された通過された母液からサルト無酸塩または適合無酸塩を結晶化することによつて、または無酸塩を希釈と同時にまたは後で、不純物の分離前、分離中または分離後に、アルカリ金属塩基またはアンモニウム塩基で酸を中和することによつて、適宜この発明による精製濃縮された酸から無酸塩生成物が得られる。

無酸塩は好適には $300^{\circ}C$ 以上の温度例えば $400^{\circ}C$ 以上で、最も好適には $500^{\circ}C$ 以上の温度で加熱される。例えば $550^{\circ}C \sim 650^{\circ}C$ の範囲の温度が特に便宜である。無酸塩を實質上大気圧で蒸発するのが普通便利である。

この発明は湿式法無酸塩と熱分解無酸塩との中間の純度を持ち、かつ同等の中間の純度の無酸塩を造る蒸留抽出法のような他の既知の方法よりも、または熱分解法よりもかなり安価で、かつ

一層便利な方法によつて無酸塩および無酸塩の製造を可能となす。

加熱は好適には炭素のような無酸塩より無酸塩に耐えることができる容器および電極を使用して行われる。容器自体が電極の片方を構成するのが便宜である。小規模の装置においては中央炭素棒が他の電極として作用する。大規模装置では電極の相により2個またはそれ以上の炭素棒を電極として用いるのが可能であり、かつ好適である。価格は別として、炭素の使用は他の利点をもつ。電極から炭素粒子のアブレーションは電極上にスケールが付着するのを最少となすのを助勢し、炭素粒子は無酸塩中に存在する有機物質から生成した炭素と共に無酸塩の精製および炭素の還元に影響する。

炭素容器中で電気加熱を使用すると、容器および電気加熱装置上の化学腐食の問題を大部分解決する。安全上の理由により、容器を絶縁する際の困難を回避するために我々は比較的低温例えば $30 \sim 100$ ボルトの電圧を使用する

のを好適とし、しかし非常に高電圧をも使用できる。脱酸は電熱であるのが好ましい。

生成物の脱は、特に炭酸原料導入口を使用する場合に、蒸気管から取出すのが好ましい。しかしより軽い原料脱が容易をバイパスするのを避けるために、および炭素スラッジの蓄積を避けるために、オーバーヘッド原料導入口を使用し、炭酸出口を用いるのが好ましい。炭酸導入口(または炭出口)は下部が唇部中に開口し、上部が外部に開口している。唇部中の通孔からなるのが便宜である。

恒式法原料脱は溶解抽出、酸化物による脱酸、または脱酸装置のような熟知の方法によつて加熱前に部分的に精製できるが、しかしこの発明の方法は未精製恒式法炭酸を使用して特に柱状的に有利に作業できる。

炭酸を少くとも2個の蒸発器からなるカスケード式(各蒸発器はカスケード中の前置された蒸発器より高い位置で運転される)に蒸発させると、所定の濃度に蒸発する際に生成物から

特開2153-128595(4)
の P_2O_5 の損失は顯著に減少することを我々は見出した。

従つて、この発明は希硫酸を多数の蒸発器中に連続的に流し、各蒸発器中の酸から水を蒸発させるのに充分な段々と高められた温度に各蒸発器に配属された蒸発器中の酸を加熱し、酸の濃度を段々に高めてゆくことからなる蒸発を繰返す方法を提供するものである。

この発明の上述の実施態様における各蒸発器は蒸気脱出口、原料貯蔵加熱器、蒸発された蒸気出し装置および酸加熱装置を備えた密閉容器からなるのが好ましく、この酸加熱装置はこの発明の好適な実施態様においては酸を加熱しかつ酸から水を蒸発させるのに充分な交流電流を過す電極を備える。特に蒸発器を比較的高温度で運転する場合には容器は前述のように炭素からなるのが好ましい。原料脱は何れも恒式法炭酸、例えば30%恒式法炭酸、熱分解炭酸、または部分的に精製した恒式炭酸例えば溶解抽出炭酸であることができる。

原料脱は希硫酸で60重量% P_2O_5 まで、またはそれ以上の濃度例えば約85% P_2O_5 (この濃度では硫酸が留出する)までのポリ硫酸に対応する濃度に濃縮される。この発明の利点は、揮発性不純物の大部分が早期濃縮段階で除かれ、他方 P_2O_5 は主として後期濃縮段階で除かれるから、揮発性不純物とは別個に P_2O_5 を回収することが可能となることである。カスケード中の最終蒸発器中の液は回収されて濃縮された製品酸となる。

この発明による一実施態様によれば、酸を約650℃でのメタ硫酸の沸点に加熱することが可能であり、この温度では硫酸濃度は約85重量% P_2O_5 に達し、この濃度では硫酸が留出することを見出した。この実施態様によれば、蒸発器または好適なカスケード式装置を使用するときはその最終蒸発器は硫酸を留出するのに充分な高圧度で運転され、この留出硫酸は凝縮器または洗淨器に通されて精製され、高圧に精製された製品酸がえられる。濃縮酸は中間純度の

第2番目の製品となり、これは別個に回収される。

この発明によつて得られたポリ硫酸は、そのまま、または固体不純物を分離後、または好適にはオルト硫酸またはピロ硫酸に対応する濃度に希釈後、結晶させることができる。オルト硫酸またはピロ硫酸は不純物除去後に例えばデサランシーロンまたは好適には尹通により系から結晶化される。オルト硫酸の晶出は68.6重量%〜73.4重量% P_2O_5 、好適には70重量%〜72重量% 例えは72.5重量% P_2O_5 の濃度で行うか、または6%以下の濃度で水和物として晶出される。55%以下の濃度では0℃以下に冷却することを要する。ピロ硫酸は73.4% P_2O_5 と約85% P_2O_5 との間、好適には74% P_2O_5 と81% P_2O_5 との間、例えば80% P_2O_5 で晶出される。濃度が低くなるほどより高次のポリ硫酸が晶出される。別法として、ポリ硫酸または希硫酸を完全に、または部分的に適当な塩基で中和して、ポリ、ピロ

—またはサルト—燐酸塩となしてもよい。燐酸はアルカリ金属、例えばリチウム、または最も好適にはナトリウムまたはカリウムの、またはアンモニウムの水酸化物または炭酸塩であり、水溶液として添加される。水酸化物はポリ燐酸と反応してポリ燐酸塩を生成し、または希釈した水と平衡するための時間を経た後の希燐酸と反応して酸の濃度によつてサルト燐酸塩および／またはピロ燐酸塩を生成する。他の燐酸塩も適当な金属例えばカルシウム、バリウムまたはストロンチウムのようなアルカリ土類金属または銅、クロム、ニッケル、亜鉛、アルミニウムまたは第一鉄イオンまたは第二鉄イオンの酸化物、水酸化物または炭酸塩またはアミン例えばエタノールアミンのような有機塩基を添加することによつてこの発明により造ることができ、不溶性または難溶性燐酸塩が得られる場合には、中和前に不純物を分離して、結晶化および／または戸造りによつて生成物を回収するのが好ましい。

原料導入管 5 、 $5'$ および原料貯留室 2 を備えた容器の底部を 1 および $1'$ を含む。蓋 3 および $3'$ は各々が蓋の中央を透つて蓋面に突出し下方に管 1 および $1'$ 中に延び、かつ耐熱性や 4 により蓋から絶縁された黒鉛製電極 2 、 $2'$ を備える。各蓋 3 および $3'$ は温度センサーおよび熱気流出導管 7 、 $7'$ をも備える。各容器 1 および $1'$ は容器の頂部と底部との中間位置に開口する生成物流出導管 8 、 $8'$ を備える。容器 1 および $1'$ および電極 2 、 $2'$ は各々電線（図示せず）に接続のための水冷銅管の具 9 を備える。容器 1 の生成物流出導管 8 は配管 11 により容器 $1'$ の原料導入管 $5'$ と連通し、熱気流出導管 7 、 $7'$ は別個の蒸発器 12 、 $12'$ を備える。

容器 1 、 $1'$ の腐蝕を防止するために、粉砕無機炭と粉末石英との樹脂結合セメントで外部から封止され、不銹鋼外蓋（図示せず）中に収納される。

使用に際して、原料液を原料導入管 5 を過して容器 1 中に逐段的に導入して生成物流出導管

特開4753-139595(5)

酸を組合燐酸例えばピロ燐酸に反応する濃度で燐酸することが可能で、不純物を分離後に所定の酸を品出させるか、または上述したように中和を行つて所定の組合燐酸塩を得ることができ、しかし、ピロ燐酸の場合には湿式法燐酸を最初に $5 \sim 10\% \text{P}_2\text{O}_5$ 以上の濃度で燐酸し、次いで約 $50\% \text{P}_2\text{O}_5$ に希釈し返すのが好ましい。組合燐酸塩を造るために中間濃度（例えば $7\% \sim 9\% \text{P}_2\text{O}_5$ ）で水と平衡した酸を中和することができる。

中和と希釈とは水性塩基をポリ燐酸に直接添加することによつて同時に行い、ポリ燐酸塩を生成させることもできる。

希釈し、戸造した酸は湿式法より高品質の中間純度燐酸製品として販売でき、従つて原料液よりより広範な用途をもつ。酸塩としての固体不純物から分離後に更に希釈することなしに燐酸液を使用することもできる。

この発明により使用するための代表的なカスケードを縦断面について説明する。装置は原

料の高さによつて決められる高さの保持酸 10 を形成する。中間製品の酸は生成物流出導管 8 を過つて、配管 11 を経て原料導入管 $5'$ に送り、容器 $1'$ に入る。生成物の酸は生成物流出導管 $8'$ を過つて逐段的に排出され、電流（例えば单相 40 ボルト、 600 アンペアの電流）が電極 2 、 $2'$ と容器 1 、 $1'$ との間にそれぞれ流れる。保持酸 10 は加熱され、蒸気は蒸気流出導管 7 、 $7'$ を過つて、それぞれ沸騰に達んだ有機物および銅に富んだ炭酸物として蒸発器 12 および $12'$ で回収される。代表的には保持酸 10 は容器 1 中では $300^\circ\text{C} \sim 400^\circ\text{C}$ 、例えば 300°C に加熱され、容器 $1'$ 中では $400^\circ\text{C} \sim 450^\circ\text{C}$ 、例えば 450°C に加熱される。

例1

原料液を、ノチルイソブチルケトンによる湿式法燐酸の 2 段両面抽出、水による有機抽出の両液洗浄、次いで P_2O_5 の水中への 2 段両面抽出によつて造つた。

いくつかの高純度酸濃度での不純物の除去具

合を試験するため、第1図について先に述べた1個の容器中で温度を高めて原料膜を溶解した。原料膜および生成物膜の組成を第1表に掲げる。

第1表

温度 ℃	時間 分	溶解 成分 %	P ₂ O ₅ %	SO ₄ (ppm)	P (ppm)	As (ppm)	有機物(ppm)	不溶物(ppm)
20	—	—	600	9930	145	606	53	—
350	4333	148	734	8127	93	930	28	134
300	2400	319	723	6160	60	649	21	340
340	6817	320	745	4378	91	208	15	239
380	2608	390	742	2784	34	687	<15	248
440	2627	423	729	909	33	803	<15	349
460	2901	710	811	183	23	698	<15	431
500	2953	903	823	100	13	607	<15	307

例2

80% P₂O₅ を含有する例1による膜膜を4%水酸化カリウム溶液中で中和して平均ポリ

和し、サルト膜酸二カリウム溶液となし、これはヤシンドルフィルターで容易にろ過された。

反応温度を100℃、pHを9〜10に調節した。得られたサルト膜酸塩の化学分析値を第2表に掲げる。

第2表

P ₂ O ₅ (%)	SO ₄ (ppm)	P (ppm)	Cl (ppm)	As (ppm)	有機物 (ppm)	Zn (ppm)	Pb (ppm)	Cu (ppm)
>90	153	81	76	49	15	2	16	2

例3

例1の方法によつて造つた膜膜を100℃〜300℃の種々の温度で塩化ナトリウムと炭化水素することによつて脱炭素した。脱炭の最初の温度は100℃以上であつた。結果を第3表に掲げる。

特許53-128595 (6)
膜膜は長さ2.1のアルカリ性ポリ膜膜カリウムとなした。この膜膜の至る用途は炭状沈降用ビルダーである。

反応温度を100℃に調節し、pHは9〜10に調節した。中和後生成物のpHを11に調節した。得られたポリ膜膜は1.4〜3.5 kg/cm² (20〜30 psi) でヤシンドルフィルターを通して簡単にろ過できた。得られた生成物の化学分析値と共に P₂O₅ の分布状態を第3表に示す。

第3表

P ₂ O ₅ 分布 (%)			SO ₄	P	Cl	As	有機物	Zn	Cu	Pb	Fe
サルト	ビロ	上層	高級	(ppm)	(ppm)	(ppm)	(ppm)	(ppm)	(ppm)	(ppm)	(ppm)
17	40	25	18	62	24	10	2	13	1	1	6

例4

P₂O₅ を80%含有する例1による膜膜を P₂O₅ 80%の代表的なサルト膜膜酸塩に希釈した。この膜を4%水酸化カリウム溶液中で中

第4表

Cl (ppm) (NaClとして)	温度 ℃	停留時間 (分)	As (ppm)	Cl (ppm)
	120	30	21	
1000	150	30	3.3	
	180	30	6.0	
	120	5	<1	2.6
3000	150	5	<1	5
	180	5	1.7	1.3

炭素量に同等の減少は、塩化物と共に最初の原料膜を加熱することによつて得ることはできなかった。

例5

例4による膜膜した脱炭素した膜膜製品は黒色の外観の膜で0.05重量/重量%の膜膜炭素を含有した。この膜を62.5% P₂O₅ に希釈し、アリレン(商品名、ポリエチレングリコールテレフタレート)帆布上のけい酸土の層を通してろ過すれば、明な商品位の膜膜が得られ

た。結果を第3表に示す。

第3表

	原 酸	再希釈液
P ₂ O ₅ (%)	63.5	63.5
SO ₄ (ppm)	2750	115
F (ppm)	140	18
Cl (ppm)	10	10
As (ppm)	18.9	<1
有機C (ppm)	30	6
合計C (ppm)		7
B ₂ (ppm)		<10

例6

分別濃縮

先に述べた図のような2個の容器のカスケードを下記の温度に加熱した。

サンプル5

容器1 = 300℃	容器2 = 400℃	A
400℃	500℃	B
500℃	600~700℃	C

Ba	1	1	1	-
Cd	1	1	1	21
Cr	3	1	3	398
Zn	5	3	33	140
Pb	3	1	1	3
Cu	1	1	3	43

例7

中和

恒式法濃縮を第1図に述べた1個の容器で約450℃で濃縮して80.5% P₂O₅ の濃度の酸をつた。この酸の一部を0.7%水酸化カリウムで中和し、次いで何の困難もなく通過された。他の部分をサルト酸濃度（例えば40% P₂O₅）に希釈し、0.6%水酸化ナトリウム溶液で中和し、再び困難なく通過された。得られた結果は下記の通りであつた。

特開2550-123595(7)

蒸餾塔内のガラス蒸餾器を使って上述の温度の各々で容器1だけからの蒸気を濃縮した。同様の物を拌わない装置を使用した。

他に特記しない限り重量で百万部当りの部で表わした。得られた結果を下記に示す。

	A	B	C	原料液
P ₂ O ₅ %	377	591	443	53.6
SO ₄ %	149	233	098	0.87
F	5930	6370	1390	1225
As	1.9	4.0	3.6	9.9
合計C	102	63	30	223
Fe	63	29	-	0.90%
Al	56	59	69	810
Mg	23	6	31	0.380%
B	30	19	42	.36
Ca	390	310	190	130
Si	0.69%	0.43%	400	200
Na	410	910	180	-
V	3	1	3	2.31
Ni	1	1	1	0.3

例8

結晶化

恒式法濃縮を約450℃、80.5% P₂O₅ に加熱し、次いで希釈し、通過すれば36% P₂O₅ 濃度の透明な無色酸を生じたく（段階1）。

無分解硫酸水和物の結晶（0.3重量/重量%）をこの再希釈液のサンプルに添加し、-30℃で1時間かきまぜた。遠心分離および通過によつて母液から結晶を分離した（段階2）。

結晶を再溶解し、得られた液を硫酸抽出した硫酸水和物結晶0.3重量/重量%を使用して15℃で5分間再結晶した（段階3）。結果は下記の通りである。

	段階 1			段階 2			段階 3		
	出発 濃式酸	再希釈 濃式酸	傾斜液	抽出	傾斜液	抽出	抽出	傾斜液	抽出
P ₂ O ₅ (%)	33.6	37.2	34.0	63.9	63.2	68.3			
SO ₄ (ppm)	8390	483	573	133	143	100			
F (ppm)	1325	123	140	35	42	3			

例 1

濃式酸を 3/0 に、53.3% P₂O₅ に加熱し、次いで希釈し、戸通すれば 9.3% P₂O₅ 濃度の透明な緑色の酸が得られた。融分解燐酸水和物の結晶 (0.1 重量/重量%) を上記再希釈酸のサンプルに添加し、2.5 分で 5 時間放置した。結晶を遠心分離により母液から分離した。分離した結晶は再希釈酸の 4.4 重量%で、母液は 3.4 重量%であった。分析値は下記の通りである (特記しない限りすべての数字は ppm である)。

Mg (ppm)	4000	4640
Ti	330	33
Cr	33	33

4 図面の簡単な説明

第 1 図はこの発明で使用するための装置の立面断面図、第 2 図は 2 個の装置のカスケードの概略説明図である。図中：

1, 1' ... 容器 2, 2' ... 釜 3, 3' ... 攪拌棒
4 ... さや 5, 5' ... 原料導入管 6 ... 温度センサ
7, 7' ... 蒸気排出導管 8, 8' ... 生成物排出導管
9 ... 留め具 10 ... 保持板 11 ... 配管
12 ... 視察窓

特許出願人代理人 菅 我 道 郎

特開 53-123543 (8)

	出発 濃式酸	再希釈 濃式酸	結晶	母液
P ₂ O ₅ (%)	33.6	37.2	72.3	68.3
SO ₄	0.88%	370	330	100
F	0.13%	93	44	127

例 10

フッリダ酸の酸性化によつて得た濃式酸を原料溶液について先に述べた 1 個の容器で 40.5 度の温度に加熱することによつて濃縮した。この酸を再希釈し、戸通して生成物酸を得た。最初の濃式酸および生成物酸の分析値は下記の通りである。

	最初の濃式酸	生成物酸
P ₂ O ₅ (%)	39.1	52.6
SO ₄ (ppm)	29000	<100
F (ppm)	3200	40
抽出 C (ppm)	4300	10
As (ppm)	4600	370
Fe (ppm)	7600	2840

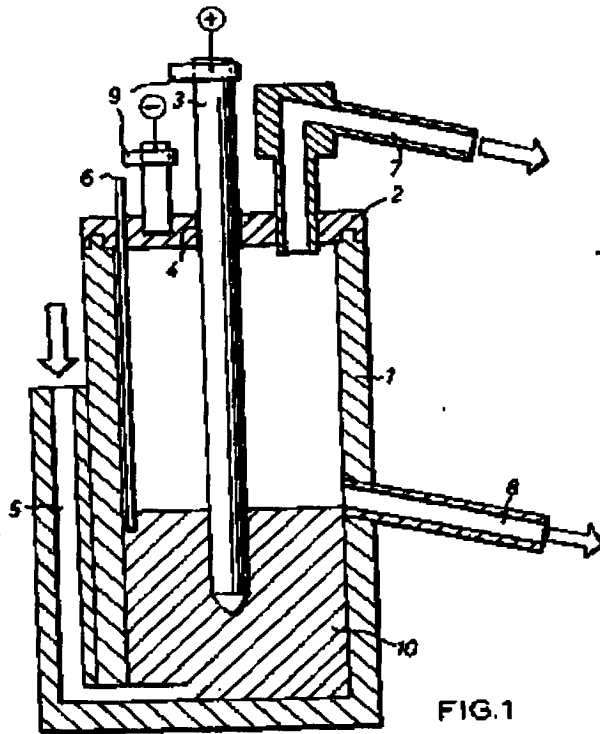


FIG. 1

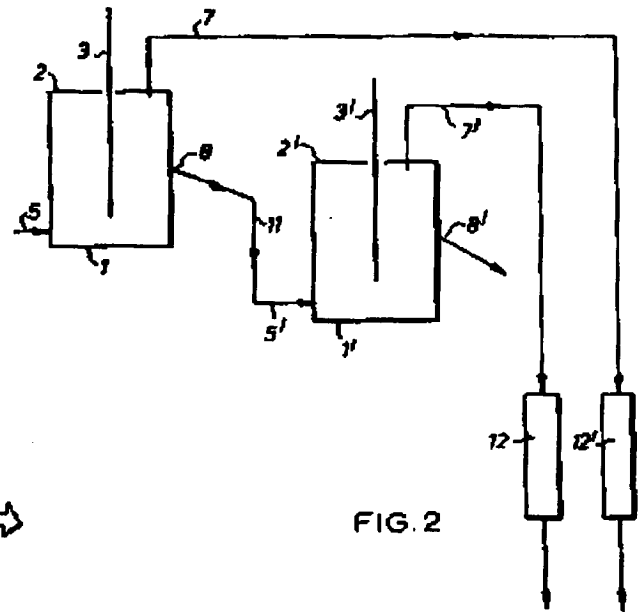


FIG. 2

予 製 補 正 書 「特 許」

昭和53年 5 月 25 日

特許庁長官 無 答 案 二 送

1. 事件の表示

昭和53年特許願第 92223 号

2. 発明の名称

複式流液機の制御方法

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

名 義 アルプライト・エンド・サイレンス・
リミテッド

4. 代 理 人

住 所 東京都千代田区丸の内二丁目4番1号
丸の内ビルディング4階
電 話 東京 (216) 6811 代表
氏 名 (5787) 芥 川 曾 我 道 昭

5. 補正の対象

明 細 書

6. 補正の内容

明細書の 書。(内容に變更なし)